

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-152571

(43)Date of publication of application : 08.06.1999

(51)Int.Cl.

C23C 16/44  
B01J 7/00  
// H01L 21/205  
H01L 21/285

(21)Application number : 09-315239

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 17.11.1997

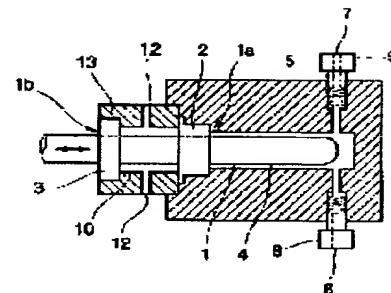
(72)Inventor : YOSHIOKA NAOMI

## (54) LIQUID MATERIAL VAPORIZER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To suppress the wear of a sliding part of a plunger pump for delivering the fixed volume of a liquid material to a vaporizer while maintaining corrosion resistance so as to prolong the service life and maintenance and facilitate management by using PTFE mixed with carbon in a fibrous form as a sealing material in the sliding part.

**SOLUTION:** A plunger 1 which is held sealed by a plunger seal 2 is put into and out of a pump chamber 4 bored at a pump head 5 by sliding in an arrow direction to vaporize the fixed volume of the liquid material contg. a volatile org. metal compd. of a thin-film material and to supply the vapor thereof to the vaporizer via a liquid inlet and outlet 6, 7 having check valves 8, 9. The PTFE prepd. by incorporating the carbon in the fibrous form therein is used as the sealing material of the sliding part 1a of the plunger seal 2 of the plunger pump described above. As a result, the carbon is mingled in the PTFE which is a base material having the excellent corrosion resistance in the state of entangling therewith. The dislodgment of the sealing material does not arise in spite of sliding and the wear resistance and lubricity of the plunger seal 2 are improved, by which the life is prolonged.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(11)特許出願公開番号

(43)公開日 平成11年(1999)6月8日

F I		
C 2 3 C	16/44	C
B 0 1 J	7/00	Z
H 0 1 L	21/205	
	21/285	C

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】液体材料を定量気化して気化器に供給するプランジャポンプを備えたものにおいて、前記プランジャポンプの摺動部におけるシール材の材質に、カーボンをファイバ状に混入してなるPTFEを用いたことを特徴とする液体材料気化装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造装置における成膜用液体材料の供給を好適に行い得るようにした液体材料気化装置、特にその中の送液用ポンプのシール構造に関するものである。

**【0002】**

【従来の技術】半導体デバイスの製造においては、基板上に金属薄膜を形成する工程が不可欠で、その方法として従来から真空蒸着法、スパッタリング法などのPVD（物理的蒸着法）が用いられているのに対し、近年はCVD（化学的蒸着法、または化学的気相成長法）、その中でもMOCVD（有機金属CVD法）が盛んに利用されるようになった。この方法は、薄膜となるべき金属の揮発性有機化合物、またはそれを溶剤に溶かした液体（以下、これらを包括して単に液体材料と記す）を気化して蒸気の状態で基板表面に送り、熱分解時の反応により生成物の薄膜を析出させるものである。この方法は、膜質や成膜速度、段差部におけるステップカバレージ等の点で以前の方法に比べて優れているとされる。

【0003】このMOCVDを行うための液体材料気化装置において、液体材料を小流量で精度よく気化器に送るためのポンプとしてプランジャポンプが多く利用されている。

**【0004】**

【発明が解決しようとする課題】ところで、前記液体材料気化装置において使用される液体材料は、THF（テトラヒドロフラン）のように、腐食性が強く、粘度も低いものが使用され、また空気に触れると空気中の水分により加水分解を起こすなど取り扱いが難しく、ポンプ内でシールする上で困難な材料が多い。すなわち、本装置に使用されるTHF等の有機溶剤では、プランジャの表面を濡らした液体材料が大気に触れて加水分解や揮発による固体生成物を生じるので、プランジャ、またはこれと摺動するプランジャシールの磨耗が促進され、一般的なシール構造に比べて遙かに高い耐磨耗性、耐食性などが要求される。

【0005】このような状況に鑑みた場合、PTFE（4ふっ化エチレン樹脂）が耐食性の点で一つの有効な素材として考えられるが、PTFEそのものは摩擦係数、磨耗係数がともに高いため、摺動部材としては使用出来ない。そこで、現在、粉末状のカーボンをPTFEに混入して複合材とし、硬度を高めてシール材として使用する試みがなされている。しかしながら、かかる複合

材を用いたとしても、プランジャポンプの摺動部のように粘度が低く液体による潤滑が殆ど期待できない状況下においては、PTFEの磨耗と共に混在しているカーボンがPTFE母材から脱落して磨耗が進み、短期間で漏れが発生する傾向が拭えない。

【0006】本発明は、液体材料送液用ポンプの摺動部におけるシールをより適正なものにして、摺動部の磨耗を極力抑制し、従来のものより長寿命で保守管理の手間を省けるようにした液体材料気化装置を得ることを目的とする。

**【0007】**

【課題を解決するための手段】上記目的達成のために、本発明は、液体材料を定量気化して気化器に供給するプランジャポンプを備えたものにおいて、前記プランジャポンプの摺動部におけるシール材の材質に、カーボンをファイバ状に混入してなるPTFEを用いたことを特徴とする。

【0008】このように構成すれば、カーボンが母材であるPTFEに絡み付いた状態で一体的に混在するので、摺動部にシール材として使用しても、単にカーボンをPTFEに混入している場合に比べて短期にカーボンが脱落するようなことがなくなる。このため、シール材の磨耗の進行を有効に抑止することができ、磨耗や腐食が進行し易く固体生成物も生じ易い液体材料を扱うプランジャポンプのシール材として使用しても長期に亘って有効なシール機能を維持することができる。

**【0009】**

【実施例】以下、本発明の一実施例を、図面を参照して説明する。液体材料気化装置は、液体材料を入れた材料容器と送液のためのプランジャポンプと、その間をつなぐ配管のほか、配管内の真空引きやパージ、及び外部からの液供給を可能にする外部供給ラインを兼ね備えるための配管やバルブ、気化器等がレイアウトされるが、ここでは本発明に直接関連する部分としてプランジャポンプ1の一実施例を図1に示す。

【0010】図1において、プランジャ1は、その左側に配置される駆動源（図示せず）によりピストン運動を与えられ、2つのプランジャシール2および3で摺動しつつ図の左右方向に往復運動する。この実施例では、前記プランジャ1に高強度、高硬度、高耐食性、高磨耗性を得るために、ルビーやサファイヤ等が用いられている。プランジャ1の先端部はポンプ室4の中にある。ポンプ室4はポンプヘッド5に穿設された穴であって、その内容積はプランジャ1の往復運動に従って変化するので、液体材料の入口6と出口7に設けた逆止弁8及び9の働きで、液は1方向に（この図では下から上に向かって）流されることになる。即ち、ポンプ作用が生じることになる。

【0011】プランジャ1が図の右方向へ動くときに液を吐出し、左方向へ動くときに吸入し、そのプランジャ

1の摺動部1a、1bのシールをしているのが前記送液側のプランジャシール2及び大気側のプランジャシール3である。このうち、特に送液側のプランジャシール2を設けるにあたり、図2に詳細に示すようにポンプヘッド5の外方端面近傍の内周に第1の凹溝51を周回形成するとともに、この第1の凹溝51の端面側の隣接位置により底の深い第2の凹溝52を形成している。これに対して、シール材20は、前記第1の凹溝51に装入されるシールリップ21及びスプリング狭持片22と、これらシールリップ21及びスプリング狭持片22を基端に一体に連設し先端側を前記第2の凹溝42内に装入されるシール本体23とから構成してある。そして、シール本体23を前記第2の凹溝52に装入し、シールリップ21及びスプリング狭持片22をその間にコイルスプリング24を介在させた状態で前記第1の凹溝51内に装入している。

【0012】このプランジャシール2のシール材20は、プランジャ1の軸方向の運動を許容しつつポンプ室4内の液体材料を封止する役割を担うもので、シール材20とプランジャ1との潤滑の目的からも、このシール材20で完全に液を止めるのではなく、幾分かはプランジャ1の表面を濡らすような形でシール後方(図1では左方)へ液体材料が僅かづつ漏出するように前記コイルスプリング24の弾性力を設定し、シールリップ21をプランジャ1の外周に適度に押し付けている。

【0013】そして、本実施例は前記シール材20の素材に、母材であるPTFEにカーボンファイバ状(繊維状)に混入したものを用いている。以上のようなシール構造からなるプランジャポンプを液体材料気化装置の中で稼働させた場合、プランジャシール1a付近の液体がプランジャ1〜シールリップ21間に回り込むことによって潤滑性が得られる。そして、今回の様に液体が低粘度であっても、前記コイルスプリング24の押付け力を適切に設定した上で、シール材20の素材にカーボンを混入したPTFEを採用すれば、顕著に摩擦係数が大きくなることなく、またPTFEそのものを用いた場合のように初期磨耗の段階で(シールの締め代が残っている状態で)磨耗したシール材の一部がシール本体から離れずに液圧によってプランジャ〜シールリップ間に挟まり込み、短期間で漏れを起こすという不都合も解消することができる。

【0014】以上に加え、本実施例で用いるシール材20は、カーボンが母材であるPTFEに絡み付いた状態で一体的に混在するので、プランジャ1の摺動部1aに使用しても、単にカーボンをPTFEに混合しているもののように短期にカーボンが脱落するようなこともなくなる。このため、磨耗の進行を有効に抑止することができ、磨耗や腐食が進行し易く固体生成物も生じ易い液体材料を扱う本実施例のようなプランジャポンプ1のシ-

ル手段として長期に亘って有効なシール機能を維持することが可能となる。

【0015】なお、本実施例では、後方にプランジャ1の往復運動範囲以上の距離を置いて第2のプランジャシール3を直列に配置し、この間を、洗浄液体の出入口12を持つハウジング13で覆って密閉された小室(洗浄室10)を形成しており、洗浄室10には洗浄液を満たし、プランジャ摺動面の液体材料やそこに生じた生成物を洗い落とす構成とし、洗浄液は、外部に設けた別のポンプ(図示せず)で常時流し続け、或いは定期的に交換可能な状態で充填するようにしている。この場合、洗浄液としては、液体材料に使用されている有機溶剤と同一、または同種のものを使用する。

【0016】このため、本実施例は、プランジャ1の表面を常に洗い流して、固体生成物が生じること自体を防止でき、また、万一生成物が発生した場合でも速やかに溶解除去できて、これにより前記プランジャシール2の負荷を軽減して、シール機能をより適正に高めることが可能となる。なお、各部の具体的な構成は、図示実施例のものに限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々変形が可能である。例えば、上記実施例は本発明をシングルプランジャ形に適用した場合について説明したが、吸入行程での送液の中断を防ぐために、同じ構造のプランジャポンプを2個並列に配置し、プランジャの位相を180度ずらせて駆動するようにしたダブルプランジャ形もあり、本発明はこのダブルプランジャ形に対しても当然適用することができる。また、前記実施例では、プランジャシールの生成物による磨耗促進を防ぐため、プランジャシールをプランジャに直列に2重配置し、そのうちの送液側のシール材に本発明を適用した場合について説明したが、洗浄側のシール材に併用することも勿論可能である。さらに、このような2重シール構造を備えず、反送液側が大気であるようなポンプに適用しても同様の作用効果が得られることは言うまでもない。

【0017】

【発明の効果】以上詳細に説明したように、本発明は、液体材料気化装置の液体流量制御手段として用いるプランジャポンプの摺動部に、カーボンをファイバ状に混入したPTFEを用いたため、耐腐食性を保ちながら、耐磨耗性などを高めてシール寿命を改善し、装置のメンテナンス回数を低減化することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例に係るプランジャポンプの概略的な断面図。

【図2】同要部拡大図。

【符号の説明】

1…プランジャポンプ

20…シール材

【図 1】

